



## Metode pengujian kadar nitrit dalam air dengan kolorimetri





## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
Pendahuluan.....	iii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif .....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Simbol dan singkatan .....	1
5 Persyaratan .....	2
6 Cara uji .....	4
7 Perhitungan .....	4
8 Ketelitian dan simpangan .....	5
Bibliografi.....	6





## Prakata

Standar ini disusun oleh Gugus Kerja Lingkungan Keairan termasuk pada Sub Pantek Teknologi Sumber Daya Air yang berada di bawah Panitia Teknik Konstruksi dan Bangunan, Badan Penelitian dan Pengembangan Permukiman dan Pengembangan Wilayah, Departemen Permukiman dan Pengembangan Wilayah.

Penulisan Standar ini mengacu kepada Pedoman Badan Standardisasi Nasional Nomor 8 Tahun 2000 tentang Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Penyusunan Standar ini melalui proses pembahasan gugus kerja, prakonsensus dan konsensus yang melibatkan para narasumber dan pakar dari berbagai instansi terkait.

Standar ini merupakan revisi dari SNI 06-2484-1991 dan dengan diberlakukannya Standar ini maka SNI 06-2484-1991 menjadi tidak berlaku lagi.





## Pendahuluan

Nitrit merupakan hasil oksidasi menengah dari nitrogen, oksidasi ammonia menjadi nitrat dan reduksi nitrat menjadi nitrit. Oksidasi dan reduksi ini terjadi dalam pengolahan air limbah, sistem pendistribusian air dan air alam. Nitrit masuk ke dalam sistem saluran air karena nitrit digunakan sebagai pencegah korosi di dalam air proses pada industri.

Nitrit penyebab penyakit metahemoglobinemia yaitu bereaksinya antara nitrit dengan hemoglobin.

Penetapan nitrit selain dengan kalorimetrik, juga dapat dilakukan dengan kromatografi ion. Penetapan nitrit dengan kolorimetri adalah cara yang lebih sederhana dan investasi lebih murah jika dibandingkan dengan cara kromatografi.

Standar ini merupakan revisi dari SNI 03-2484-1991 yang mengacu kepada *Standard Method* yang lama, sehubungan dengan diterbitkannya *Standar Method* yang baru dimana prosedur pengujian nitrit berubah, maka diperlukan revisi SNI 06-2484-1991 yang mengacu kepada *Standard Method* yang baru (*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 19<sup>th</sup> edition, 1995, APHA. AWWA. WPCF, Washington DC).









## Metode pengujian kadar nitrit dalam air dengan kolorimetri

### 1 Ruang lingkup

1.1 Standar ini menetapkan metode untuk menguji kadar nitrit dalam air dengan kolorimetri.

1.2 Metode ini digunakan untuk menguji nitrit dalam air pada rentang kadar antara 0,005 mg/l  $\text{NO}_2 - \text{N}$  sampai 1,00 mg/l  $\text{NO}_2 - \text{N}$ .

### 2 Acuan normatif

Standar ini mengacu SNI 06-2412-1991, *Metode pengambilan contoh uji kualitas air*

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

##### **larutan induk**

larutan baku kimia yang dibuat dengan konsentrasi tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan konsentrasi yang lebih rendah

#### 3.2

##### **larutan baku**

larutan yang mengandung konsentrasi yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembandingan dalam pengujian

#### 3.3

##### **kurva standar**

Grafik yang menyatakan hubungan konsentrasi larutan baku dengan hasil pembacaan serapan masuk yang merupakan garis lurus

#### 3.4

##### **Normalitas (N)**

Satuan kimia untuk konsentrasi larutan, yang didefinisikan sebagai banyaknya gram ekuivalen zat terlarut per liter larutan

#### 3.5

##### **Molaritas (M)**

satuan konsentrasi larutan kimia yang didefinisikan satu mol zat terlarut dalam satu liter larutan

#### 3.6

##### **light path**

kuvet tempat menyimpan benda uji yang akan dilalui sinar

### 4 Simbol dan singkatan

Simbol dan singkatan berikut ini berlaku untuk pemakaian standar ini.



EDTA untuk *ethylenediaminetetraacetate dehydrate*;

FAS untuk *fero amonium sulfat*.

## 5 Persyaratan

### 5.1 Peralatan

Peralatan harus memenuhi ketentuan sebagai berikut :

**5.2.1** Spektrofotometer dengan panjang gelombang 543 nm dilengkapi dengan kuvet yang berukuran 1,0 cm atau lebih besar, atau

**5.2.2** Filter fotometer dilengkapi dengan kuvet 1,0 cm atau lebih besar dengan filter hijau yang mempunyai transmittan maksimum mendekati 540 nm

### 5.2 Pereaksi

Pereaksi harus memenuhi ketentuan sebagai berikut :

**5.2.1** Air bebas nitrit, dibuat dengan salah satu cara sebagai berikut :

**5.2.1.1** Ke dalam 1 l air destilasi, tambahkan sedikit krista  $\text{KMnO}_4$  dan  $\text{Ba(OH)}_2$  atau  $\text{Ca(OH)}_2$ . Destilasi kembali dengan menggunakan alat borosilikat dan buang 50 ml air destilasi pertama. Lanjutkan destilasi dan tampung air bebas permanganat. Jika ditambah larutan indikator N,N dietil-p fenilendiamin (DFD) timbul warna merah menunjukkan adanya permanganat, atau

**5.2.1.2** Ke dalam setiap 1 l air destilasi tambahkan 1 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 0,2 ml larutan  $\text{MnSO}_4$  (36,4 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dalam 100 ml air destilasi), dan 1 ml - 3 ml larutan  $\text{KMnO}_4$  (400 mg  $\text{KMnO}_4$  dalam 1 liter air destilasi) destilasi kembali air tersebut.

**5.2.2** Larutan indikator N,N dietil-p fenilendiamin (DFD), dibuat dengan cara melarutkan 1 g DFD oksalat atau 1,5 g DFD sulfat pentahidrat atau 1,1 g DFD sulfat anhidrous di dalam air suling bebas klorin yang berisi 8 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 : 3 dan 200 mg dinatrium EDTA. Encerkan sampai 1 l, simpan di dalam botol gelas warna coklat bertutup asah di tempat gelap, jika larutan tersebut sudah tidak berwarna, maka buang.

**5.2.3** Pereaksi pewarna, dibuat dengan cara kedalam 800 ml air destilasi tambahkan 100 ml asam fosfat 85 % dan 10 g sulfanilamid, aduk sampai larut. Setelah larut sempurna tambahkan 1 g N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida, aduk sampai larut, kemudian encerkan sampai 1 l dengan air destilasi. Larutan ini stabil selama satu bulan jika ditaruh di botol gelap dan di dalam lemari pendingin,

**5.2.4** Larutan natrium oksalat,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0,025 M (0,05 N), dibuat dengan cara melarutkan 3,350 g  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  di dalam air destilasi dan encerkan sampai 1000 ml

**5.2.5** Larutan fero amonium sulfat,  $\text{Fe(NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.05 M (0,05N), dibuat dengan cara:

**5.2.5.1** melarutkan 19,607 g  $\text{Fe(NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat di dalam air destilasi dan encerkan sampai 1000 ml,

**5.2.5.2** menstandarisasi larutan tersebut dengan cara mengencerkan 10 ml larutan baku kalium dikromat 0,0417 M menjadi 100 ml. Tambahkan 30 ml asam sulfat pekat dan



dinginkan. Titar dengan larutan fero amonium sulfat (FAS) dengan menggunakan 0,10 atau 0,15 ml (2 atau 3 tetes) indikator ferroin. Catat m FAS yang digunakan untuk mentiter.

**5.2.6** Larutan induk nitrit dibuat dengan cara:

**5.2.6.1** melarutkan 1,232 g  $\text{NaNO}_2$  di dalam air destilasi dan encerkan sampai 1000 ml; 1.00 ml = 0,250 mg N. Awetkan dengan 1 ml  $\text{CHCl}_3$ .

**5.2.6.2** menstandarisasi larutan induk nitrit, dengan cara :

**5.2.6.2.1** memipet 50 ml larutan  $\text{KMnO}_4$  0,01 M (0,05 N), 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 50 ml larutan induk nitrit ke dalam labu erlenmeyer bertutup asah. Pada saat memasukan larutan induk nitrit, pipet terendam dibawah permukaan larutan permanganat-asam.

**5.2.6.2.2** mengoyangkan segera dan panaskan sampai suhu  $70^\circ\text{C}$  -  $80^\circ\text{C}$  di atas pemanas listrik, tambahkan 10 ml larutan natrium oksalat 0,025 M (0,05 N) sampai warna hilang.

**5.2.6.2.3** mentitrasi kelebihan natrium oksalat dengan larutan  $\text{KMnO}_4$  0.01 M (0.05 N) sampai warna merah muda, catat volume larutan  $\text{KMnO}_4$  yang dipakai.

**5.2.6.2.4** Jika menggunakan larutan baku fero amonium sulfat 0,05 M (0,05 N) sebagai pengganti natrium oksalat, tidak diperlukan pemanasarr dan biarkan reaksi antara  $\text{KMnO}_4$  dengan  $\text{Fe}^{2+}$  selama 5 menit, kemudian dititrasi dengan  $\text{KMnO}_4$ .

**5.2.7** Larutan induk nitrit menengah, dibuat dengan cara menghitung volume larutan induk nitrit yang diperlukan untuk memperoleh larutan induk nitrit menengah. Encerkan 50,00 ml larutan induk nitrit menjadi 250 ml di dalam labu ukur dengan air destilasi. Setiap 1 ml larutan nitrit setara 0,050 mg N atau 50 mg/l N.

**5.2.8** Larutan baku nitrit, dibuat dengan cara mengencerkan 1,00 ml; 2,00 ml; 5,00 ml 10,00 ml dan 20,00 ml larutan induk menengah dengan air destilasi kedalam labu ukur 1000 ml. sehingga diperoleh konsentrasi nitrit 0,05 mg/l  $\text{NO}_2$  - N; 0,10 mg/l  $\text{NO}_2$  - N; 0,25 mg/l  $\text{NO}_2$  - N; 0,50 mg/l  $\text{NO}_2$  - N dan 1,00 mg/l  $\text{NO}_2$  -N.

**5.2.9** Larutan baku kalium permanganat,  $\text{KMnO}_4$  0,01 M (0,05 N), dibuat dengan cara :

**5.2.9.1** melarutkan 1,6 g  $\text{KMnO}_4$  dalam 1 l air destilasi taruh di dalam botol berwarna coklat, biarkan selama 1 minggu lebih.

**5.2.9.2** memisahkan antara larutan dan endapan.

**5.2.9.3** menstandarisasi larutan diatas dengan rnenggunakan natrium oksalat dengan cara :

**5.2.9.3.1** menimbang kira-kira 0,1 mg  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  bebas air larutkan dengan air destilasi 100 ml di dalam erlenmeyer 250 ml dan aduk sampai larut.

**5.2.9.3.2** menambahkan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan panaskan segera sampai suhu  $90^\circ\text{C}$  sampai  $95^\circ\text{C}$ .

**5.2.9.3.3** mentitrasi segera dengan, larutan permanganat yang akan distadardisasi sambil digoyang sampai timbul warna merah muda selama 1 menit, Jaga suhu jangan sampai dibawah  $85^\circ\text{C}$ .

**5.2.9.3.4** mencatat pemakaian larutan kalium permanganat. Lakukan juga untuk blangko.



### 5.3 Contoh uji

Contoh uji harus memenuhi ketentuan sebagai berikut :

- 5.3.1 diambil seperti ditentukan dalam SNI 06-2412-1991, *Metode pengambilan contoh kualitas air*
- 5.3.2 tidak boleh diberi asam sebagai pengawet.
- 5.3.3 segera dianalisa untuk menghindari perubahan  $\text{NO}_2^-$  menjadi  $\text{NO}_3^-$  oleh bakteri. Jika tidak dapat segera dianalisis contoh diawetkan untuk penyimpanan selama 1 hari sampai 2 hari dengan dibekukan pada suhu  $-20^\circ\text{C}$  atau disimpan pada suhu  $4^\circ\text{C}$ .
- 5.3.4 tidak boleh mengandung suspensi. jika ada suspensi hilangkan dengan menyaring contoh uji dengan kertas saring  $0,45\ \mu\text{m}$ .
- 5.3.5 pH antara 5 sampai 9, jika tidak ditepatkan pH contoh uji dengan menggunakan HCl atau NaOH 1 N
- 5.3.6 tidak boleh mengandung klorin bebas dan nitrogen triklorida ( $\text{NCl}_3$ ) karena akan menghasilkan warna merah yang mengganggu jika ditambahkan pereaksi warna.
- 5.3.7 tidak boleh mengandung ion-ion  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Au}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ , Kloroplatina ( $\text{PtCl}_6^{2-}$  dan metavanadat ( $\text{VO}_3^{2+}$ ) serta ion-ion yang dapat menyebabkan pengendapan dalam kondisi pengujian.
- 5.3.8 tidak boleh mengandung ion  $\text{Cu}^{2+}$ , karena akan menyebabkan hasil yang rendah oleh penguraian katalis dari garam diazonium.

## 6 Cara uji

### 6.1 Pembuatan kurva standar

- 6.1.1 pipet masing-masing 50 ml larutan baku nitrit,
- 6.1.2 tambahkan 2 ml pereaksi warna dan aduk,
- 6.1.3 ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 543 nm setelah 10 menit tetapi tidak lebih dari 2 jam dan catat absorbansinya,
- 6.1.4 plotkan konsentrasi pada sumbu X dan absorbansi pada sumbu Y,
- 6.1.5 buat kurva standar nitrit.

### 6.2 Pengujian kadar nitrit dalam benda uji

- 6.2.1 pipet 50 ml contoh uji atau hasil pengenceran,
- 6.2.2 tambahkan 2 ml pereaksi warna dan aduk,
- 6.2.3 ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 543 nm setelah 10 menit tetapi tidak lebih dari 2 jam dan catat absorbansinya.

## 7 Perhitungan

### 7.1 Molaritas larutan FAS



$$\text{Molaritas FAS} = \frac{\text{Volume } 0,0417 \text{ M K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ ml}}{\text{Volume FAS yang digunakan, mL}} \times 0,25$$

## 7.2 Normalitas kalium permanganate

$$\text{Normalitas KMnO}_4 = \frac{\text{g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) \times 0,33505}$$

dengan pengertian:

A adalah nilai numerik volume titran untuk contoh, dinyatakan dalam mililiter (ml)

B adalah nilai numerik volume titran untuk blanko, dinyatakan dalam mililiter (ml)

## 7.3 Kadar NO<sub>2</sub>-N dalam larutan induk

$$A = \frac{[(B \times C) - (D \times E)] \times 7}{F}$$

dengan pengertian :

A adalah nilai numerik kadar nitrit dalam larutan induk, dinyatakan dalam mg/l NO<sub>2</sub>-N

B adalah nilai numerik volume larutan baku KMnO<sub>4</sub>, dinyatakan dalam mililiter (ml)

C adalah nilai numerik konsentrasi larutan baku KMnO<sub>4</sub>, dinyatakan dalam Normalitas (N)

D adalah nilai numerik volume larutan baku pereduksi yang ditambahkan, dinyatakan dalam mililiter (ml)

E adalah nilai numerik konsentrasi larutan baku pereduksi yang ditambahkan, dinyatakan dalam Normalitas (N)

F adalah nilai numerik volume larutan induk nitrit yang digunakan, dinyatakan dalam mililiter (ml)

## 7.4 Hitung kadar nitrit dalam benda uji

Hitung kadar nitrit dalam benda uji dengan menggunakan kurva standar.

## 8 Ketelitian dan simpangan

Hasil pengujian pada laboratorium tunggal dengan menggunakan contoh air limbah pada konsentrasi 0,04 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 0,24 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup>; 0,55 dan 1,04 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, masing-masing simpangan bakunya ialah ± 0,005; ± 0,004; + 0,005; dan +0,01. Hasil pengujian pada laboratorium tunggal dengan menggunakan contoh air limbah pada konsentrasi 0,24 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup>; 0,55 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup> dan 1,05 mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + NO<sub>2</sub><sup>-</sup> masing-masing rekovernya ialah 100 %; 102 %; dan 100 %.



## Bibliografi

HAM, Mulyono, 1996, Kamus Kimia, Ganeca Silatama, Bandung.

Miller, J.O dan J.N Miller, Statistika kimia analitik diterjemahkan oleh Suroso, ITB, 1991, Bandung

*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 19<sup>th</sup> edition, 1995, APHA, AWWA, WPCF, Washington DC, 4500- $\text{No}_2^-$  B Colorimetric Method.*



















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)